

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-144432

(43)Date of publication of application : 26.05.2000

(51)Int.Cl.

C23C 16/455  
B01F 3/02  
B01F 5/00  
H01L 21/31  
H01L 21/316

(21)Application number : 10-313752

(71)Applicant : EBARA CORP

(22)Date of filing : 04.11.1998

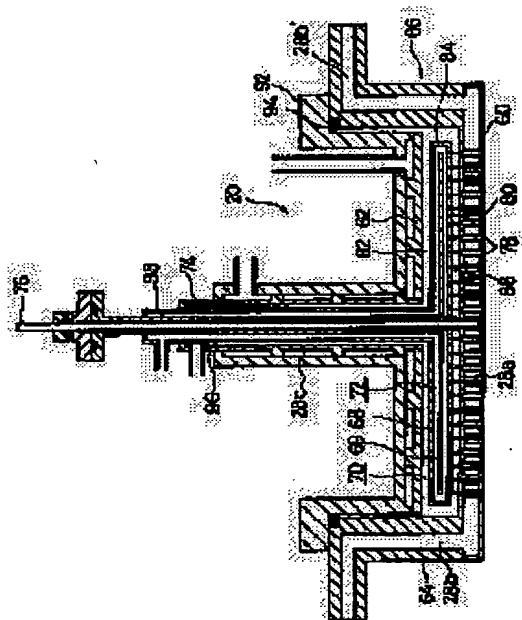
(72)Inventor : HORIE KUNIAKI  
NAKADA TSUTOMU  
TSUKAMOTO KIWAMU  
ABE YUJI

## (54) GAS INJECTION HEAD

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a gas injection head capable of uniformly injecting a gaseous mixture uniform in the concn. and components toward a substrate in a stable state while early reaction is prevented.

**SOLUTION:** This injection head has an injection head body 66 forming at least two gas spaces 70 and 72 separately stored with at least two kinds of reaction gases, plural gas injection holes 78 arranged at the lower face of the injection head body and coaxial multi-stream nozzles respectively arranged at the gas injection holes, separately introduced with at least two kinds of reaction gases from at least two gas spaces and injecting them.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-144432

(P2000-144432A)

(43)公開日 平成12年 5月26日 (2000. 5. 26)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ド* (参考)
C 2 3 C	16/455	C 2 3 C 16/44	D 4 G 0 3 5
B 0 1 F	3/02	B 0 1 F 3/02	4 K 0 3 0
	5/00	5/00	Z 5 F 0 4 5
H 0 1 L	21/31	H 0 1 L 21/31	B 5 F 0 5 8
	21/316	21/316	X
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)			

(21)出願番号 特願平10-313752

(22)出願日 平成10年11月 4日 (1998. 11. 4)

(71)出願人 000000239

株式会社荏原製作所

東京都大田区羽田旭町11番 1号

(72)発明者 堀江 邦明

東京都大田区羽田旭町11番 1号 株式会社  
荏原製作所内

(72)発明者 中田 勉

東京都大田区羽田旭町11番 1号 株式会社  
荏原製作所内

(74)代理人 100091498

弁理士 渡邊 勇 (外 2名)

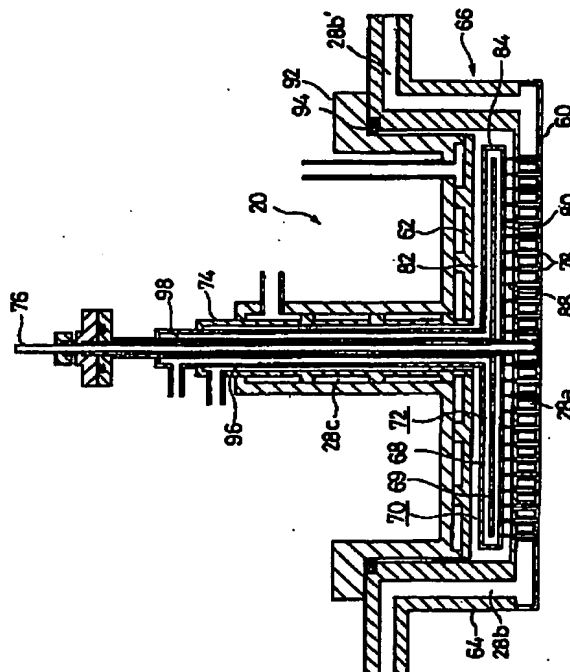
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ガス噴射ヘッド

(57)【要約】

【課題】 濃度や成分の均一な混合ガスを早期反応を防止しつつ安定した状態で基板に向けて均一に噴射することができるガス噴射ヘッドを提供する。

【解決手段】 少なくとも2種の反応ガスを個別に収容する少なくとも2つのガス空間70、72を形成する噴射ヘッド66本体と、前記噴射ヘッド本体の下面に配置された複数のガス噴射孔78と、前記ガス噴射孔にそれぞれ配置され、前記少なくとも2つのガス空間から前記少なくとも2種の反応ガスを個別に導入して噴射する同軸多流体ノズルとを有する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも2種の反応ガスを個別に収容する少なくとも2つのガス空間を形成する噴射ヘッド本体と、前記噴射ヘッド本体の下面に配置された複数のガス噴射孔と、前記ガス噴射孔にそれぞれ配置され、前記少なくとも2つのガス空間から前記少なくとも2種の反応ガスを個別に導入して噴射する同軸多流体ノズルとを有することを特徴とするガス噴射ヘッド。

【請求項2】 前記同軸多流体ノズルは、外側ノズル孔と、該外側ノズル孔に所定長さ挿入された内側ノズルとを有することを特徴とする請求項1に記載のガス噴射ヘッド。

【請求項3】 前記同軸多流体ノズルには、外側ノズル孔の内側ノズル孔への合流部又は合流部の上流側に流路抵抗を付す抵抗体を設けたことを特徴とする請求項1に記載のガス噴射ヘッド。

【請求項4】 前記外側ノズル孔には、前記内側ノズルの下流側に絞り部が形成されていることを特徴とする請求項2に記載のガス噴射ヘッド。

【請求項5】 請求項1ないし4に記載のガス噴射ヘッドを有する気密な成膜室と、該ガス噴射ヘッドに反応ガスを供給するガス供給源と、前記成膜室内に前記ガス噴射ヘッドに対向して配置された基板保持台とを有することを特徴とする成膜装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、気相成長装置に用いるガス噴射ヘッドに関し、特に、チタン酸バリウム／ストロンチウム等の高誘電体又は強誘電体薄膜を気相成長させるのに好適なガス噴射ヘッドに関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、半導体産業における集積回路の集積度の向上はめざましく、現状のメガビットオーダから、将来のギガビットオーダを睨んだDRAMの研究開発が行われている。かかるDRAMの製造のためには、小さな面積で大容量が得られる素子が必要である。このような大容量素子の製造に用いる誘電体薄膜として、誘電率が10以下であるシリコン酸化膜やシリコン窒化膜に替えて、誘電率が20程度である五酸化タンタル( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ )薄膜、あるいは誘電率が300程度であるチタン酸バリウム( $\text{BaTiO}_3$ )、チタン酸ストロンチウム( $\text{SrTiO}_3$ )又はこれらの混合物であるチタン酸バリウムストロンチウム等の金属酸化物薄膜材料が有望視されている。このような金属酸化物薄膜を気相成長させる際には、1又は複数の有機金属化合物のガス原料と酸化ガスとを混合し、一定の温度に加熱した被成膜基板に噴射する。

【0003】図8は、この種のチタン酸バリウム／スト

ロンチウム等の高誘電体又は強誘電体薄膜を形成するための成膜装置の全体構成を示す図であり、液体原料を気化する気化器110の下流側に原料ガス搬送流路112を介して密閉可能な成膜室114が設けられ、さらにその下流側の排気流路に真空ポンプ116が配置されて排気配管118が構成されている。成膜室114には、酸素等の酸化ガスを供給する酸化ガス配管120が接続されている。

【0004】このような構成の成膜装置により、基板Wを基板保持台124に設けた加熱板上に載置し、基板Wを所定温度に維持しつつガス噴射ヘッド128のガス噴射孔126から原料ガスと酸化ガスとの混合ガスを基板Wに向けて噴射して、基板Wの表面に薄膜を成長させる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところで、有機金属化合物ガスと酸化ガスの混合ガスが安定に存在できる温度域は一般に狭く、基板へ導く途中で温度の不均一などがあるとガスの凝縮や分解が起こりやすい。従って、混合ガスの流路が長くなると、基板へ到達する前の早期反応により析出物を生成しやすくなる。このように生成した析出物は、ガス噴射孔を閉塞させたり、あるいは下流に流れて成膜室内のパーティクルの発生源となる。

【0006】また、原料ガスと酸化ガスの混合をノズルを出てから行うようにした場合、ノズル穴での詰まりをなくすることができるが、基板に至る短い過程で均一な混合状態を得るのが難しい。充分な混合状態を得ようすると、ノズル穴を細かく分布させたり、基板までの距離を大きくするなどの必要があり、装置の複雑化や肥大化を招き、実用的でない。

【0007】本発明は、上述した事情に鑑みて為されたもので、濃度や成分の均一な混合ガスを早期反応を防止しつつ安定した状態で基板に向けて均一に噴射することができるガス噴射ヘッドを提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載の発明は、少なくとも2種の反応ガスを個別に収容する少なくとも2つのガス空間を形成する噴射ヘッド本体と、前記噴射ヘッド本体の下面に配置された複数のガス噴射孔と、前記ガス噴射孔にそれぞれ配置され、前記少なくとも2つのガス空間から前記少なくとも2種の反応ガスを個別に導入して噴射する同軸多流体ノズルとを有することを特徴とするガス噴射ヘッドである。ここでいう「同軸多流体ノズル」とは、複数の流路が同軸に形成されたノズルである。また、ここでいう「反応ガス」とは、原料ガス、酸化ガスの他、これらに補助的に添加される不活性ガス等も含む概念である。

【0009】これにより、複数の反応ガスが外側のノズル内あるいはノズルを出た後に混合されるので、反応生成物がノズル側に付着することが少ない。しかも、反応

ガスが同軸ノズルから噴射されるので、一方の反応ガスが他方の反応ガスを包み込むように噴射され、ノズルの開口での拡散作用により下流で均一にかつ効率良く混合される。混合の過程において乱流の発生がほとんどなく、従って、状態の変動による早期反応によってパーティクルを発生させることが防止される。3種以上のガスを用いる場合には、3重以上のノズルを用いてもよく、また、2重ノズルを多段に重ねて用いても良い。

【0010】請求項2に記載の発明は、前記同軸多流体ノズルは、外側ノズル孔と、該外側ノズル孔に所定長さ挿入された内側ノズルとを有することを特徴とする請求項1に記載のガス噴射ヘッドである。この挿入長さを適宜に調整することにより、反応ガスの性質に合わせて混合の効率等を適宜に調整することができる。例えば、外側ノズル孔の内側ノズルより下流の部分は混合領域として定義でき、これを充分採ることにより、混合効率を向上させることができる(図3参照)。また、内側ノズルをシャワーヘッドの末端まで伸ばした場合は、ガスの混合は完全にシャワーヘッド外部で行われる(図4参照)。

【0011】請求項3に記載の発明は、前記同軸多流体ノズルに外側ノズル孔の内側ノズル孔への合流部又は合流部の上流側に流路抵抗を付す抵抗体を設けたことを特徴とする請求項1に記載のガス噴射ヘッドである。これにより、外側ノズルのガスの分配性を向上させることができる。リング状の流路は断面円形の流路より面積が大きいので抵抗体としての作用が不充分である。そのため、①内側ノズルの外側ノズル内への挿入長さを十分長くする、②焼結体等のフィルタを挿入する、③ラビリンス構造とする、④流路に溝を形成してこの溝に流れを導く、等の手段によって流路抵抗を付し、外側ノズルのガスの等分配性を向上させることができる(図5参照)。

【0012】請求項4に記載の発明は、前記外側ノズル孔には、前記内側ノズルの下流側に絞りが形成されていることを特徴とする請求項2に記載のガス噴射ヘッドである。これにより、外側ノズル孔からの反応ガスの流れを絞って内側ノズルからの流れに当てるようにして混合効率を向上させることができる。

【0013】請求項5に記載の発明は、請求項1ないし4に記載のガス噴射ヘッドを有する気密な成膜室と、該ガス噴射ヘッドに反応ガスを供給するガス供給源と、前記成膜室内に前記ガス噴射ヘッドに対向して配置された基板保持台とを有することを特徴とする成膜装置である。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、図1ないし図3を参照して、本発明の第1の実施の形態を説明する。この第1の実施の形態の薄膜気相成長装置は、気密な成膜室10を構成する容器本体12と、容器底部14の中央に開口する筒状部16内を昇降可能な基板保持台(サセプタ)1

8と、容器本体12の頂部に取り付けられたガス噴射ヘッド(シャワーヘッド)20とを備えている。

【0015】これら容器本体12、容器底部14及び筒状部16とガス噴射ヘッド20には、オイルのような熱媒体を流通させる熱媒体流路22、24、26、28a、28cが形成され、これらの流路は外部配管30を介して、ポンプ等の抽送手段32、及びヒータ等の加熱手段34からなる熱媒体ユニット36に流通している。また、必要箇所を冷却するために冷却水循環ユニットが設けられている(図示せず)。容器底部14には、生成ガスを排気する排気孔38が開口し、これは図示しない真空ポンプに連結している。

【0016】基板保持台18は支持軸40を介して成膜室10の下方に配置された昇降装置42に連結され、これにより筒状部16の中を昇降する。筒状部16の所定高さには、搬送用のロボット44を有するロボット室46に向かう位置に基板搬送口48が開口しており、これは通路50を介してロボット室46のゲート52に接続されている。この基板搬送口48にはパージガス供給口54が開口している。基板保持台18には基板Wを加熱するためのヒータ56が設けられ、所定位置に取り付けられた基板温度センサの検出値に基づいて該ヒータ56への電力を調整して基板温度を一定に維持するようにしている。

【0017】ガス噴射ヘッド20は、成膜対象の基板Wに対向して配置されるノズル盤60と、背板62及び周壁64とによって中空円盤状に形成された噴射ヘッド本体66から構成されている。この噴射ヘッド本体66の内部には円盤状の中空体68がノズル盤60、背板62及び周壁64から間隔をおいて配置されて、この噴射ヘッド本体66と中空体68との間に第1のガス空間70が形成されている。中空体68の内部にも円板状の仕切板69が中空体68の上下壁及び側壁から間隔をおいて配置されており、ここに第2のガス空間72が形成されている。

【0018】噴射ヘッド本体66の背板62側には、各ガス空間70、72に反応ガスを個別に供給するガス供給配管74が接続されている。ガス供給配管74は同軸の多重管であり、中心にはノズル盤面に達する熱電対(温度センサ)76が挿入され、その外側に第2のガス空間に通じる第2の反応ガス流路98が、さらにその外側に第1のガス空間70に通じる第1の反応ガス流路96が形成されている。

【0019】ノズル盤60には所定の間隔をおいて多数のガス噴射孔(外側ノズル孔)78が設けられ、また、各ガス噴射孔78を取り囲むように熱媒体流路28aが形成されており、これには入口28bから熱媒体が供給されて出口28b'から外部に排出されるようになってい。中空体68の底板80には、ノズル盤60の各ガス噴射孔78と対向する位置にそれぞれ開口86が形成

され、これには筒状のノズル部材（内側ノズル）88の上端が固着されている。従って、ガス噴射孔78とノズル部材88の外面の間には、第1のガス空間70につながる管状流路70aが形成されている。各ノズル部材88は、図3に示すように、上部のくびれ部と、その下部の拡径部とを有するベンチュリタイプに形成され、このノズル部材88の下端はガス噴射孔78の内部に所定長さだけ挿入され、これにより同軸の2流体ノズルが構成されている。

【0020】噴射ヘッド本体66の各ガス空間70、72は、それぞれ中空体68及び仕切板69によって上下に区画されており、それぞれガス供給配管74の反応ガス流路96、98から個別に供給された第1及び第2の反応ガスは、上側のガス空間を径方向外側に流れた後、側壁64及び84で反転して下側のガス空間に外側縁部から流入する。これにより、それぞれの下側ガス空間において、ノズルの配置密度に応じたガス流量分布が達成され、ノズルからの流量が均等化される。

【0021】なお、噴射ヘッド本体66の形状はこれに限られるものではなく、2つのガス空間を単純な2層の円盤状空間に形成してもよく、また、仕切板69の代わりに微細孔が形成されたガス分配板を用いても良い。さらに、噴射ヘッド本体66の全体を下側に拡径するラッパ状に形成してもよい。

【0022】周壁64の内面、背板62の上面、ガス供給配管74の外面を覆うように外被92が設けられ、これと周壁64の間にはシールリング94が配されて内部を密閉している。この外被92と背板62の上面及びガス供給配管74の外面の間には、図2に示すように、熱媒体流路28cが形成されており、ガス供給配管74と噴射ヘッド本体66内を流れる反応ガスを加熱している。

【0023】このように構成されたガス噴射ヘッド20の作用を説明する。反応ガス、すなわち、この例では原料ガスと酸化ガスは、図示しない供給源からガス供給配管74にそれぞれ導入される。原料ガスは、例えば、 $Ba(DPM)_2$ 、 $Sr(DPM)_2$  及び  $Ti(i-OC_3H_7)_4$  等の有機金属化合物を溶剤に溶解して気化し、Ar等のキャリアガスと混合したものであり、酸化ガスは、例えば、 $O_2$ 、 $N_2O$ 、 $H_2O$ 等の酸素含有ガス、あるいはこれにオゾナイザにより生成されたオゾン( $O_3$ )を含むようにしたものである。

【0024】反応ガスのうち、酸化ガスは、ガス供給配管74の第1のガス供給路96から第1のガス空間70に、原料ガスは、ガス供給配管74の第2のガス供給路98から第2のガス空間72に、それぞれ上側ガス空間を一旦外側に流れてから下側ガス空間に中心に向かって流れて導入される。そして、酸化ガスは、ノズル盤60の各ガス噴射孔78から基板Wに向けて噴射され、原料ガスは、底板80の各通孔86に設けられたノズル部材

88から噴射される。

【0025】原料ガスはノズル部材88からガス噴射孔78の内部に噴射され、一方、酸化ガスはガス噴射孔78とノズル部材88の間の筒状流路70aを通してガス噴射孔78の内部に原料ガスを包み込むように噴射される。両者はガス噴射孔78内のノズル部材88より下の領域（混合領域）をさらに下降する過程で均一に混合され、ガス噴射孔78を出て成膜室10内部の空間をさらに基板Wに向けて下降する。このように、混合される2つの反応ガスが同軸ノズルから噴射されるので、混合の過程において乱流の発生がほとんどなく、早期に反応してパーティクルを発生させることが防止される。しかも、噴射された後に狭い混合領域を通過するので、成膜室10に直接噴射される場合に比べて混合効率が高い。

【0026】なお、この実施の形態のように、内側のノズル部材から原料ガスを流し、ガス噴射孔78の周壁に沿って酸化ガスを流すことにより、ガス噴射孔78の周壁に酸化ガス層を形成して、ガス噴射孔78の壁面への析出物等の付着を最小限にすることができる。熱媒体は熱媒体ユニット36から熱媒体配管30を介してノズル盤60、周壁64、及び外被92と背板62の間の熱媒体流路28に供給することにより、各部を所定温度に維持して、ノズル部材を含むこれらの箇所への析出物等の付着を抑制している。

【0027】図4は、この発明の第2の実施の形態のガス噴射ヘッドを示すもので、ノズル部材88がガス噴射孔78の末端まで延びて形成されている。この場合は、ガスの混合はシャワーヘッドの外で行われる。これは、2つのガスの反応生成物がガス噴射孔78に非常に付着しやすい場合に用いられる。なお、さらに付着しやすい場合には、ノズル部材88をガス噴射孔78の先端から突出させるようにしてもよい。

【0028】図5は、この発明の第3の実施の形態のガス噴射ヘッドを示すもので、ノズル部材88はガス噴射孔78の途中まで延びており、ガス噴射孔78のノズル部材88より下流側の位置には段差面78bが形成され、ここに、管状流路70aを塞ぐように所定のメッシュの焼結体等からなるフィルタ99が装着されている。これにより、リング状であるため抵抗体としての作用が不充分であるガス噴射孔（外側ノズル孔）78のガスの分配性を向上させることができる。なお、上記では、フィルタ99は2つのガスの合流部の上流側に設けたが、これに限らずガス噴射口78内の、2つのガスの合流部に環状フィルタを装着するようにしてもよい。

【0029】図6は、この発明の第4の実施の形態のガス噴射ヘッドを示すもので、ノズル盤60のガス噴射孔78の内周面に、ノズル部材88の下端に対向する位置に、下方に向けて徐々に縮径する絞り部78aを形成している。このように構成することにより、ガス噴射孔78から噴射される酸化ガスが、絞り部78aに沿って中

心に向かい、ノズル部材88から噴射される原料ガスに衝突するようにして、混合効率を高めることができる。

【0030】図7は、この発明の第5の実施の形態のガス噴射ヘッドを示すもので、3種の反応ガスを混合するのに適している。すなわち、第2のガス空間72の上方に、第3の反応ガスが導入される第3のガス空間104が底板100及び天板102によって区画形成されている。この底板100には、ノズル部材88に対向する位置に形成した開口106にノズル部材108が取り付けられ、その下端は、下方に位置するノズル部材88の内部に所定距離挿入されてノズル部材88との間に管状流路72aを形成している。この例では、第1及び第2のノズル部材108、88のいずれにも絞り部78a、88aが形成されている。

【0031】このような構成により、第1の反応ガス、第2の反応ガス及び第3の反応ガスは、第1のガス空間70、第2のガス空間72及び第3のガス空間104に個別に導入される。そして、第3の反応ガスは、第3のノズル部材108から第2のノズル部材88の中に噴射され、第3のノズル部材108の外側より供給された第2の反応ガスと混合しつつ下降して第1のノズル部材78の中に噴射され、さらに第2のノズル部材88の外側より供給された第1の反応ガスと混合しつつ下降し、最終的に成膜室10内の空間に噴射される。

【0032】このように、3種のガスを順次混合して均一な混合ガスを噴射することができる。この場合、成膜室10で行われる反応の種類に応じてそれぞれの反応性ガスをどの順序で混合していくかを定めることができる。例えば、酸化ガスのような反応性ガスは、事前反応を防ぐ意味からは最後に、すなわち、第1のガス空間に供給するのがよい。

【0033】

【発明の効果】以上説明したように、この発明によれば、早期反応を抑制してパーティクルの発生を防止しつ

つ、濃度や成分の均一な混合ガスを安定した状態で基板に向けて均一に噴射することができ、それにより、気相成長装置において、高・強誘電体等の比較的不安定な原料ガスを用いる成膜を、安定的にかつ品質良く行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施の形態の気相成長装置の概略を示す断面図である。

【図2】本発明の第1の実施の形態のガス噴射ヘッドの断面図である。

【図3】図2の要部を拡大して示す要部拡大断面図である。

【図4】本発明の第2の実施の形態のガス噴射ヘッドの要部を拡大して示す断面図である。

【図5】本発明の第3の実施の形態のガス噴射ヘッドの要部を拡大して示す断面図である。

【図6】本発明の第4の実施の形態のガス噴射ヘッドの要部を拡大して示す断面図である。

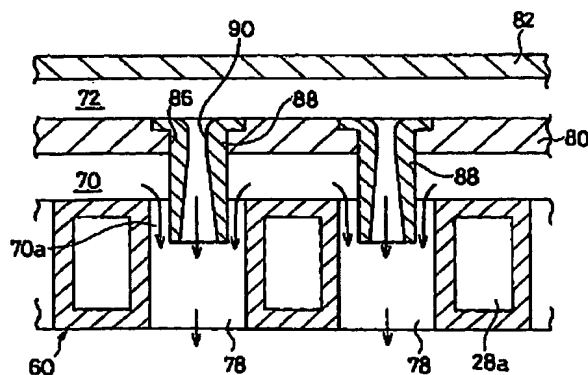
【図7】本発明の第5の実施の形態のガス噴射ヘッドの要部を拡大して示す断面図である。

【図8】成膜装置の全体構成を示す図である。

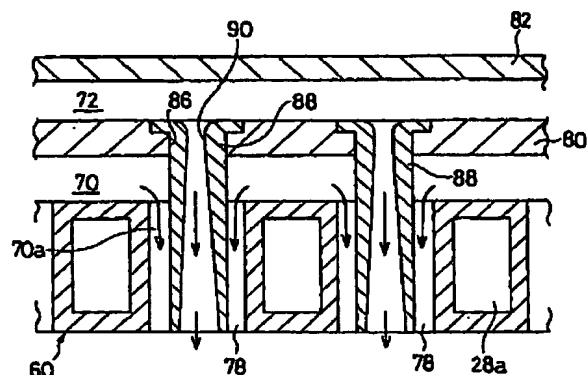
【符号の説明】

- 10 成膜室
- 18 基板保持台
- 28a, 28c 熱媒体流路
- 60 ノズル盤
- 66 噴射ヘッド本体
- 70, 72, 104 ガス空間
- 74 ガス供給配管
- 78 ガス噴射孔
- 78a, 88a 絞り部
- 80, 100 底板
- 86, 106 通孔
- 88, 108 ノズル部材

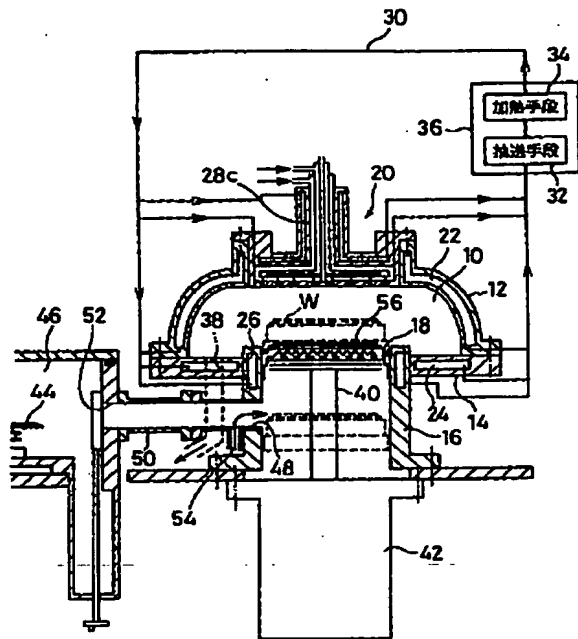
【図3】



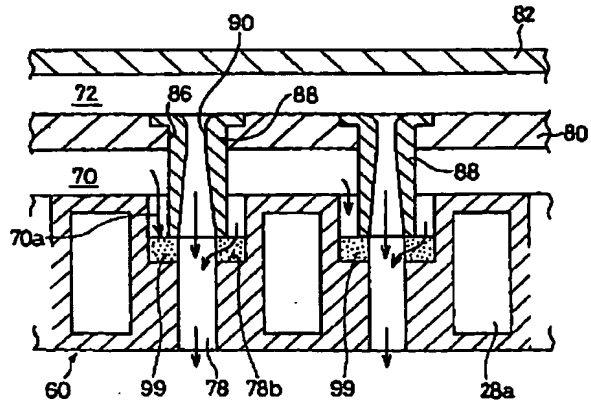
【図4】



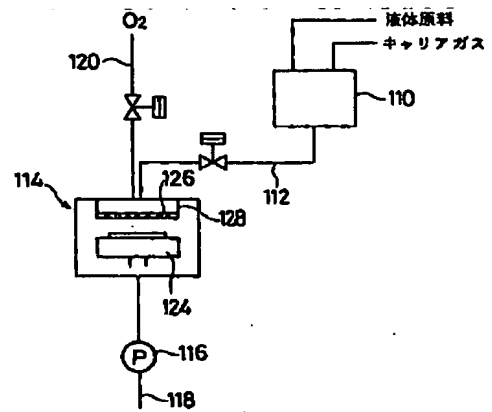
【図1】



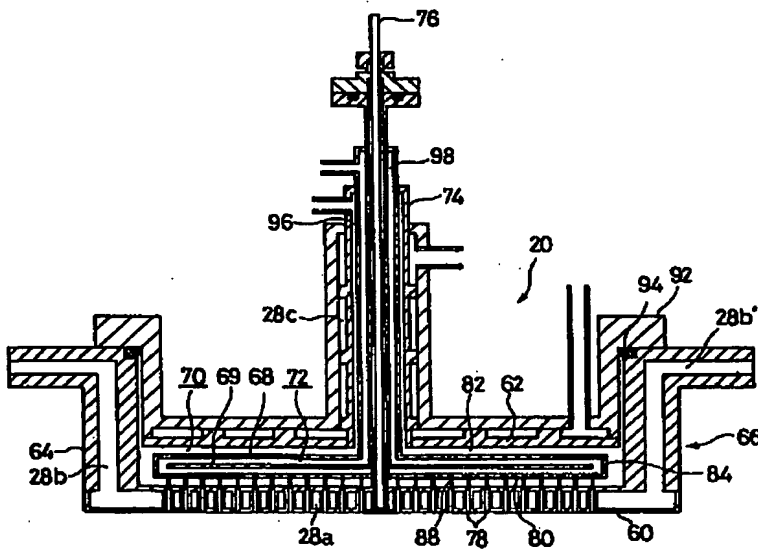
【図5】



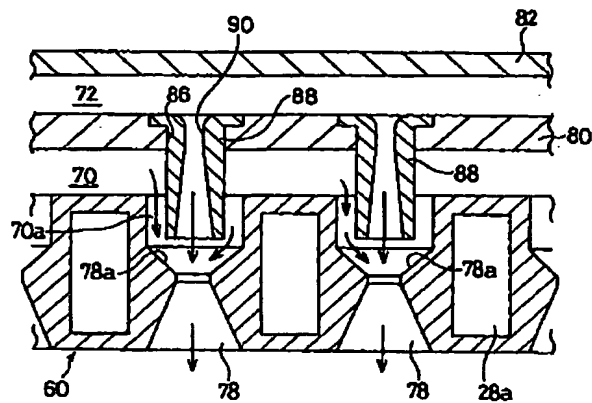
【図8】



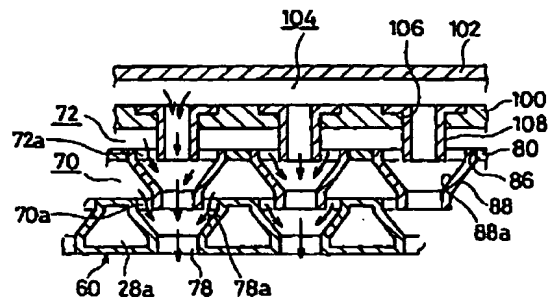
【図2】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 塚本 究  
東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内  
(72)発明者 阿部 祐士  
東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

Fターム(参考) 4G035 AB02 AC48 AE13  
4K030 AA11 AA14 BA01 BA42 BA46  
EA05 EA06 GA02 KA25 LA01  
LA15  
5F045 AA03 AB31 AC07 AC11 DP03  
DQ10 EF05 EF08 EM10 EN04  
5F058 BA20 BB06 BC03 BF03 BF27  
BF29 BG01 BG02 BG03 BG04  
BJ01